

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 748 009**

51 Int. Cl.:

C07C 227/26 (2006.01)

C07C 229/16 (2006.01)

C11D 3/33 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **07.10.2015 PCT/EP2015/073103**

87 Fecha y número de publicación internacional: **21.04.2016 WO16058875**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.10.2015 E 15774933 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.07.2019 EP 3207025**

54 Título: **Soluciones de sales de metal trialcalino de ácidos aminocarboxílicos, su fabricación y uso**

30 Prioridad:

17.10.2014 EP 14189400

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

12.03.2020

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es:

**REINOSO GARCIA, MARTA;
FRANZKE, CONSTANZE y
STAMM, ARMIN**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

Observaciones:

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques o
Bemerkungen) en el folleto original publicado por
la Oficina Europea de Patentes**

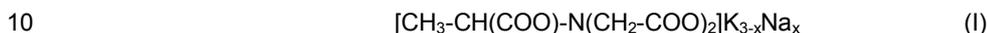
ES 2 748 009 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Soluciones de sales de metal trialcalino de ácidos aminocarboxílicos, su fabricación y uso

5 La presente invención está dirigida a soluciones acuosas que contienen en el intervalo de 60,5 a 75% en peso de una mezcla de sales de metal trialcalino de los enantiómeros L y D de ácido diacético de metilglicina (MGDA), conteniendo predominantemente dicha mezcla el isómero L respectivo con un exceso enantiomérico (ee) en el intervalo de 10 a 97%, en el que dicho metal trialcalino tiene la fórmula general (I):



en la que x está en el intervalo de cero a 2,9.

15 Los agentes quelantes tales como el ácido diacético de metilglicina (MGDA) y sus respectivas sales de metales alcalinos son secuestrantes útiles para iones de metales alcalinotérreos tales como Ca^{2+} y Mg^{2+} . Por esa razón, se recomiendan y se utilizan para diversos fines, como detergentes para lavado de ropa y para formulaciones de lavavajillas automáticos (ADW), en particular para los denominados detergentes para lavado de ropa libres de fosfato y formulaciones ADW libres de fosfato. Para el envío de tales agentes quelantes, en la mayoría de los casos se aplican sólidos como gránulos o soluciones acuosas.

20 Los gránulos y polvos son útiles porque la cantidad de agua enviada puede descuidarse, pero para la mayoría de los procedimientos de mezcla y formulación se requiere una etapa de disolución adicional.

25 Muchos usuarios industriales desean obtener agentes quelantes en soluciones acuosas que estén altamente concentradas tanto como sea posible. Cuanto menor es la concentración del agente quelante solicitado, más agua se envía. Dicha agua se suma a los costos de transportación, y tiene que ser retirada posteriormente cuando se va a incorporar MGDA en un producto sólido. Aunque se pueden preparar aproximadamente el 40% en peso de soluciones de sal trisódica de MGDA racémico y almacenar a temperatura ambiente, las soluciones locales o temporalmente más frías pueden provocar la precipitación de MGDA, así como la nucleación por impurezas. Dichas precipitaciones pueden provocar incrustaciones en tuberías y recipientes, y/o impurezas o falta de homogeneidad durante la formulación.

35 Se puede intentar aumentar la solubilidad de los agentes quelantes añadiendo un agente solubilizante, por ejemplo, un polímero que mejora la solubilidad o un tensioactivo. Sin embargo, muchos usuarios desean ser flexibles con su propia formulación de detergente, y desean evitar aditivos poliméricos o tensioactivos en el agente quelante.

40 Se pueden considerar los aditivos que pueden mejorar la solubilidad de los respectivos agentes quelantes, pero dichos aditivos no deberían afectar negativamente las propiedades del agente quelante respectivo. Sin embargo, muchos aditivos tienen un efecto negativo o limitan la flexibilidad para formulaciones posteriores.

45 Se ha encontrado adicionalmente que algunas muestras de MGDA contienen muchas impurezas que pueden limitar su aplicabilidad en campos tales como detergentes para lavado de ropa y ADW. Tales impurezas a veces se atribuyen a coloraciones desventajosas, especialmente a un valor de pH inferior a 10 y al comportamiento olfativo que en algunas ocasiones va con MGDA y otros agentes quelantes, consulte, por ejemplo, los ejemplos comparativos de la patente US 7,671,234.

La patente US 7,671,234 divulga una saponificación mejorada de MGDN:



Aunque la patente US 7,671,234 muestra mejoras, aún se desea una coloración y un comportamiento olfativo mejorados.

60 El documento WO 2012/150155 divulga la solubilidad mejorada de L-MGDA puro, en comparación con MGDA racémico. Sin embargo, resulta tedioso el fabricar MGDA y evitar cuidadosamente cualquier racemización. Aunque es muy posible sintetizar MGDA racémico y separar el isómero D, dicho procedimiento daría como resultado el desperdicio del 50% del rendimiento o más.

65 En los documentos WO 2013/000844 y WO 2013/092225, se divulgan aplicaciones de MGDA y compuestos relacionados en la agricultura.

Se ha encontrado además que el MGDA racémico puede mostrar cierta intolerancia contra bases fuertes como el hidróxido de sodio. Esto limita su utilidad en ciertas aplicaciones, como los limpiadores industriales e institucionales que, en muchos casos, contienen cantidades significativas de bases fuertes como el hidróxido de potasio o el hidróxido de sodio.

Por lo tanto, el objetivo de la presente invención era proporcionar soluciones acuosas altamente concentradas de agentes dictadores tales como el MGDA que sean estables a temperaturas en el intervalo de cero a 50 °C, sin la adición de tensioactivos o polímeros orgánicos o sales de ácidos orgánicos. Otro objetivo de la presente invención era proporcionar agentes quelantes que mostraran una tolerancia mejorada hacia bases fuertes tales como hidróxido de potasio sólido o hidróxido de sodio sólido. Otro objetivo de la presente invención era proporcionar un procedimiento para la fabricación de soluciones acuosas altamente concentradas de agentes quelantes como el MGDA que sean estables a temperaturas en el intervalo de cero a 50 °C. Ni tal procedimiento ni tal solución acuosa deberían requerir el uso de aditivos que afecten negativamente las propiedades del agente quelante respectivo. En particular, ni los polímeros orgánicos ni las sales de ácidos orgánicos deberían ser necesarios para estabilizar tales soluciones.

Por consiguiente, se han encontrado que las soluciones acuosas definidas al principio resuelven los problemas anteriores. En el contexto de la presente invención, dichas soluciones acuosas también se denominan soluciones acuosas inventivas o soluciones acuosas de acuerdo con la (presente) invención. Además, se han encontrado las mezclas de enantiómeros definidas al principio, también referidas como mezclas inventivas o mezclas de acuerdo con la (presente) invención. Las soluciones acuosas de enantiómeros definidas al principio muestran una estabilidad mejorada frente a la formación de precipitados, por ejemplo, cristalización, en comparación con soluciones acuosas de la mezcla racémica respectiva, y casi la misma o la misma o preferentemente una estabilidad mejorada, en comparación con soluciones del isómero L puro, pero son más fáciles en cuanto a su fabricación.

Las soluciones acuosas de la invención contienen en el intervalo de 60,5 a 75% en peso, preferentemente de 61 a 66% en peso, sales de metal trialcalino de mezclas de enantiómeros L y D de ácido diacético de metilglicina (MGDA), dichas mezclas se definen a continuación.

Por lo tanto, tales mezclas son mezclas de sales de metal trialcalino de los enantiómeros L y D de ácido diacético de metilglicina (MGDA), conteniendo predominantemente dicha mezcla el isómero L respectivo con un exceso enantiomérico (ee) en el intervalo de 10 a 97%, preferentemente 10 a 85%, más preferentemente 12,5 a 75% e incluso más preferentemente hasta 60%.

En una realización de la presente invención, las mezclas inventivas son mezclas de enantiómeros L y D en las que dichas sales de metal trialcalino tienen la fórmula general (I):



en la que

x está en el intervalo de cero a 2,9, preferentemente hasta 2.8.

En el contexto de la fórmula (I), x es un valor promedio. Ejemplos son la sal tripotásica (x = 0), la sal dipotásica monosódica (x = 1) y la sal monopotásica disódica (x = 2) de mezclas de enantiómeros de MGDA. Otros ejemplos son mezclas de la sal disódica monopotásica y la sal trisódica, especialmente con $2,2 \leq x \leq 2,5$. Otros ejemplos son mezclas de la sal monosódica dipotásica y la sal tripotásica ($0 < x < 1$).

En una realización preferente de la presente invención, x está en el intervalo de 0,2 a 0,4. En otra realización preferente, x está en el intervalo de 2,2 a 2,5.

En una realización de la presente invención, las soluciones acuosas de acuerdo con la presente invención comprenden adicionalmente una sal de metal dialcalino de fórmula general (II):



en la que y está en el intervalo de cero a 2,0.

En una realización de la presente invención, las soluciones acuosas de acuerdo con la presente invención contienen del 1 al 25% en moles de compuesto de acuerdo con la fórmula general (II), refiriéndose a la suma de compuestos de acuerdo con la fórmula general (I) y (II).

En las realizaciones en las que están presentes dos o más compuestos, el ee se refiere al exceso enantiomérico de todos los isómeros L presentes en la mezcla en comparación con todos los isómeros D. Por ejemplo, en los

casos en que está presente una mezcla de la sal di- y tri-potásica de MGDA, el ee se refiere a la suma de la sal dipotásica y la sal tripotásica de L-MGDA con respecto a la suma de la sal dipotásica y la sal tripotásica de D-MGDA.

5 El exceso enantiomérico se puede determinar midiendo la polarización (polarimetría) o preferentemente por cromatografía, por ejemplo, por HPLC con una columna quiral, por ejemplo, con una o más ciclodextrinas como fase inmovilizada o con una fase estacionaria quiral por concepto de intercambio de ligandos (cepillo de Pirkle). Se refiere la determinación del ee por HPLC con una amina ópticamente activa inmovilizada tal como D-penicilamina en presencia de sal de cobre(II).

10 En una realización de la presente invención, las soluciones acuosas de la invención pueden contener en el intervalo de 0,1 a 10% en peso de una o más impurezas ópticamente inactivas, seleccionando al menos una de las impurezas de ácido iminodiacético, ácido fórmico, ácido glicólico, ácido diglicólico, ácido propiónico, ácido acético y sus respectivas sales de metal alcalino mono-, di- o tri-amónicas. En un aspecto de la presente invención, las mezclas de la invención pueden contener menos del 0,2% en peso de ácido nitrilotriacético (NTA), preferentemente del 0,01 al 0,1% en peso. Los porcentajes se refieren al contenido de sólidos totales de la solución acuosa inventiva.

15 En una realización de la presente invención, las soluciones acuosas de la invención pueden contener una o más impurezas ópticamente activas. Ejemplos de impurezas ópticamente activas son la L-carboximetil-alanina y sus respectivas sales de metal mono- o di-alcalino, y mono- o di-amidas ópticamente activas que resultan de una saponificación incompleta del compuesto (B), como se explica más adelante. Preferentemente, la cantidad de impurezas ópticamente activas está en el intervalo de 0,01 a 1,5% en peso, en referencia al contenido de sólidos totales de la solución acuosa de la invención. Aún más preferente, la cantidad de impurezas ópticamente activas está en el intervalo de 0,1 a 0,2% en peso.

20 El compuesto de acuerdo con la fórmula general (II) no se cuenta como una impureza en el contexto anterior.

25 En un aspecto de la presente invención, las soluciones acuosas de la invención pueden contener cantidades menores de cationes distintos del metal alcalino. Por lo tanto, es posible que cantidades menores, tales como 0,01 a 5% en moles del agente quelante total en dicha solución acuosa inventiva, basada en aniones, tengan cationes de metales alcalinotérreos tales como Mg^{2+} o Ca^{2+} , o iones de metales de transición tales como cationes Fe^{2+} o Fe^{3+} .

30 Las soluciones acuosas de la invención muestran una muy buena estabilidad frente a la formación de precipitados. Esta excelente solubilidad se puede ver, por ejemplo, en un intervalo de temperatura de cero °C a 40 °C, en particular a temperatura ambiente y/o a cero y/o + 10 °C. Las soluciones inventivas no muestran cantidades visibles de precipitación o cristalización al agregar cristales de semillas o estrés mecánico. Las soluciones inventivas no exhiben turbidez visible.

35 En una realización preferente de la presente invención, las soluciones de acuerdo con la presente invención están libres de tensioactivos. Libre de tensioactivos significará, en el contexto de la presente invención, que el contenido total de tensioactivos es del 0,1% en peso o menos, en referencia a la cantidad de mezcla inventiva. En una realización preferente, el término "libre de tensioactivos" abarcará una concentración en el intervalo de 50 ppm a 0,05%, tanto ppm como % se refieren a ppm en peso o % en peso, respectivamente, y se refieren a la solución inventiva respectiva total.

40 En una realización preferente de la presente invención, las soluciones de acuerdo con la presente invención están libres de polímeros orgánicos. Libre de polímeros orgánicos significará, en el contexto de la presente invención, que el contenido total de polímeros orgánicos es 0,1% en peso o menos, refiriéndose a la cantidad de mezcla inventiva. En una realización preferente, el término "libre de polímeros orgánicos" abarcará una concentración en el intervalo de 50 ppm a 0,05%, tanto ppm como % se refieren a ppm en peso o % en peso, respectivamente, y se refieren a la solución inventiva respectiva total. Los polímeros orgánicos también incluirán copolímeros orgánicos e incluirán poliacrilatos, polietileniminas y polivinilpirrolidona. Los (co)polímeros orgánicos en el contexto de la presente invención tendrán un peso molecular (M_w) de 1000 g o más.

45 En una realización preferente de la presente invención, las soluciones acuosas de la invención no contienen grandes cantidades de metales alcalinos de ácidos mono- y di-carboxílicos tales como ácido acético, ácido propiónico, ácido maleico, ácido acrílico, ácido adipico, ácido succínico y similares. Las cantidades principales en este contexto se refieren a cantidades superiores al 0,5% en peso.

50 En una realización de la presente invención, las soluciones acuosas de la invención tienen un valor de pH en el intervalo de 8 a 14, preferentemente de 10,0 a 13,5.

55 Un aspecto adicional de la presente invención está dirigido a mezclas inventivas. Mezclas inventivas de sales de metal trialcalino de los enantiómeros L y D del ácido diacético de metilglicina (MGDA), conteniendo

60

65

predominantemente dicha mezcla el isómero L respectivo con un exceso enantiomérico (ee) en el intervalo de 10 a 97%, en las que dichas sales de metal trialcalino tienen la fórmula general (I):



en la que x está en el intervalo de cero a 2,9, preferentemente hasta 2,8. En una realización preferente, el ee está en el intervalo de 12,5 a 75% e incluso más preferentemente hasta 60%.

Ejemplos de tales sales son las de fórmula general $[\text{CH}_3\text{-CH}(\text{COO})\text{-N}(\text{CH}_2\text{-COO})_2]\text{KNa}_2$ y $[\text{CH}_3\text{-CH}(\text{COO})\text{-N}(\text{CH}_2\text{-COO})_2]\text{K}_2\text{Na}$, así como mezclas de la sal disódica monopotásica y la sal trisódica, especialmente con $2,2 \leq x \leq 2,5$. Otros ejemplos son mezclas de la sal monosódica dipotásica y la sal tripotásica ($0 < x < 1$).

En una realización de la presente invención, las mezclas de la invención, así como las soluciones acuosas de la invención contienen adicionalmente al menos una sal básica inorgánica seleccionada de hidróxidos de metal alcalino y carbonatos de metal alcalino. Ejemplos preferentes son carbonato de sodio, carbonato de potasio, hidróxido de potasio y en particular hidróxido de sodio, por ejemplo, de 0,1 a 1,5% en peso. El hidróxido de potasio o el hidróxido de sodio, respectivamente, pueden resultar de la fabricación de la solución inventiva respectiva.

Además, las mezclas de la invención, así como las soluciones acuosas de la invención pueden contener una o más sales inorgánicas no básicas tales como, pero sin limitación, haluro de metal alcalino o preferentemente sulfato de metal alcalino, especialmente sulfato de potasio o incluso más preferentemente sulfato de sodio. El contenido de sal inorgánica no básica puede estar en el intervalo de 0,10 a 1,5% en peso, en referencia a la mezcla inventiva respectiva o al contenido de sólidos de la solución inventiva respectiva. Incluso más preferentemente, las mezclas inventivas, así como las soluciones inventivas, no contienen cantidades significativas de sal inorgánica no básica, por ejemplo, en el intervalo de 50 ppm a 0,05% en peso, en referencia a la mezcla inventiva respectiva o al contenido de sólidos de la solución inventiva respectiva. Incluso más preferentemente, las mezclas inventivas contienen de 1 a 50 ppm en peso de la suma de cloruro y sulfato, en referencia a la mezcla inventiva respectiva. Los contenidos de sulfato se pueden determinar, por ejemplo, por análisis gravimétrico o por cromatografía iónica.

Las soluciones inventivas pueden estar altamente concentradas sin mostrar la menor tendencia a la precipitación o cristalización de MGDA, así como de sus sales. Incluso después del almacenamiento a temperatura ambiente o a cero °C durante varias semanas, no se pueden detectar signos de turbidez.

Las mezclas inventivas, así como las soluciones inventivas, exhiben un comportamiento olfativo ventajoso, así como una tendencia muy baja a colorearse, como el amarilleo durante el almacenamiento.

Además, las mezclas inventivas, así como las soluciones inventivas, muestran un comportamiento ventajoso frente a agentes blanqueadores tales como el percarbonato de sodio, y las mezclas inventivas son menos higroscópicas que la mezcla racémica de MGDA. Las mezclas inventivas forman polvos de flujo libre más fácilmente que la mezcla racémica de MGDA.

Además, las mezclas de la invención muestran un comportamiento mejorado hacia bases fuertes tales como hidróxido de potasio sólido o hidróxido de sodio sólido. Cuando se almacenan como una mezcla con hidróxido de potasio sólido o hidróxido de sodio sólido y luego se formulan en agua, se pueden formular como soluciones transparentes, no turbias, con buena vida útil.

Las mezclas de la invención pueden prepararse mezclando las cantidades respectivas de L-MGDA y D-MGDA enantioméricamente puros o sus sales respectivas. Sin embargo, la fabricación de D-MGDA enantioméricamente puro es tediosa, y se han encontrado otros procedimientos para preparar mezclas inventivas en el contexto de la presente invención.

Un aspecto adicional de la presente invención es un procedimiento para preparar mezclas inventivas, en lo sucesivo también denominado procedimiento inventivo. El procedimiento inventivo comprende las etapas de:

- (a) disolver una mezcla de L-alanina y su sal de metal alcalino en agua,
- (b) convertir dicha mezcla de L-alanina y su sal de metal alcalino con formaldehído y ácido cianhídrico o cianuro de metal alcalino en un dinitrilo,
- (c) saponificación del dinitrilo resultante de la etapa (b) en dos etapas (c1) y (c2), las etapas (c1) y (c2) se llevan a cabo a diferentes temperaturas, empleando cantidades estequiométricas de hidróxido o un exceso de 1,01 a 1,5 moles de hidróxido por cada suma molar de grupos COOH y grupos nitrilo del dinitrilo de la etapa (b),

en el que dicha sal de metal alcalino de la etapa (a) e hidróxidos de metal alcalino de la etapa (c) tienen diferentes cationes.

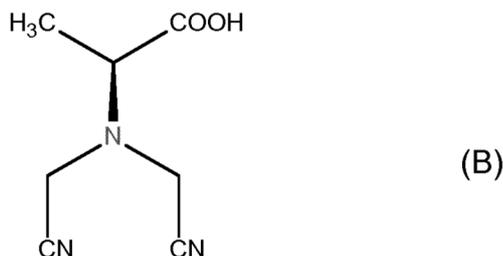
El procedimiento de la invención se describirá con mayor detalle a continuación.

- 5 En la etapa (a) del procedimiento de la invención, una mezcla de L-alanina y la sal de metal alcalino de L-alanina se disuelve en agua. La L-alanina en el contexto de la presente invención se refiere a L-alanina pura con cantidades no detectables de D-alanina, o a mezclas de enantiómeros de L-alanina y D-alanina, siendo el exceso enantiomérico al menos 96%, preferentemente al menos 98%. Cuanto más puro es el enantiómero L-alanina, mejor es la dirección de la racemización parcial en la etapa (c) del procedimiento de la invención.
- 10 De las sales de metales alcalinos, se prefiere la sal de potasio y la sal de sodio es aún más preferente. Las mezclas de sales de potasio y sodio también son factibles.
- 15 Existen varias formas de llevar a cabo la etapa (a) del procedimiento de la invención. Es posible preparar una mezcla sólida de L-alanina y la sal de metal alcalino de L-alanina y luego disolver la mezcla así obtenida en agua. Sin embargo, se prefiere suspender L-alanina en agua y luego agregar la cantidad requerida de hidróxido de metal alcalino, como solución sólida o acuosa.
- 20 En una realización de la presente invención, la etapa (a) del procedimiento de la invención se está llevando a cabo a una temperatura en el intervalo de 5 a 70 °C, preferentemente en el intervalo de 15 a 60 °C. Durante la ejecución de la etapa (a), en muchos casos se puede observar un aumento de temperatura, especialmente cuando se ha elegido la realización de suspender L-alanina en agua y luego agregar la cantidad requerida de hidróxido de metal alcalino, como solución sólida o acuosa.
- Una solución acuosa de una mezcla de L-alanina y su sal de metal alcalino correspondiente se obtendrá de la etapa (a).
- 25 En una realización de la etapa (a), se está obteniendo una solución acuosa de una mezcla del intervalo de 10 a 50% en moles de L-alanina (ácido libre) y de 50 a 90% en moles de L-alanina (sal de metal alcalino). Se prefieren particularmente las mezclas de 23 a 27% en moles de L-alanina (ácido libre) y 63 a 67% en moles de la sal de metal alcalino de L-alanina que se está obteniendo.
- 30 Preferentemente, una solución acuosa de una mezcla de L-alanina y su correspondiente sal de metal alcalino puede tener un contenido total de sólidos en el intervalo de 10 a 35%. Preferentemente, dicha solución acuosa de una mezcla de L-alanina y su sal de metal alcalino correspondiente puede tener un valor de pH en el intervalo de 6 a 12.
- 35 Preferentemente, la solución acuosa obtenida de la etapa (a) contiene menos del 0,5% en peso, impurezas distintas de D-alanina y su correspondiente sal de metal alcalino, estando basado el porcentaje en el contenido total de sólidos de la solución acuosa. Dichas impurezas potenciales pueden ser una o más de sales de magnesio o calcio de ácidos inorgánicos. Las cantidades traza de impurezas derivadas de la L-alanina o el agua utilizada se descuidarán en el contexto adicional con la presente invención.
- 40 En la etapa (b) del procedimiento de la invención, se lleva a cabo una doble síntesis de Strecker tratando la solución acuosa de la mezcla de L-alanina y su sal de metal alcalino obtenida en la etapa (a) con formaldehído y ácido cianhídrico o cianuro de metal alcalino. La doble síntesis de Strecker se puede llevar a cabo agregando cianuro de metal alcalino o una mezcla de ácido cianhídrico y cianuro de metal alcalino) o preferentemente ácido cianhídrico y formaldehído a la solución acuosa obtenida en la etapa (a). Dicha adición de formaldehído y cianuro de metal alcalino o preferentemente ácido cianhídrico se puede realizar en una o más porciones. El formaldehído se puede agregar como gas o como solución de formalina o como paraformaldehído. Se prefiere la adición de formaldehído como solución acuosa de 30 a 35% en peso.
- 45 En una realización particular de la presente invención, la etapa (b) del procedimiento de la invención se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 20 a 80 °C, preferentemente de 35 a 65 °C.
- 50 En una realización de la presente invención, la etapa (b) del procedimiento de la invención se lleva a cabo a una temperatura constante en el intervalo anterior. En otra realización, la etapa (b) del procedimiento de la invención se lleva a cabo usando un perfil de temperatura, por ejemplo, comenzando la reacción a 30 a 40 °C y permitiendo luego agitar la mezcla de reacción a 40 a 50 °C.
- 55 En una realización de la presente invención, la etapa (b) del procedimiento de la invención se está llevando a cabo a presión elevada, por ejemplo, de 1,01 a 6 bar. En otra realización, la etapa (b) del procedimiento de la invención se lleva a cabo a presión normal (1 bar).
- 60 En una realización de la presente invención, la etapa (b) del procedimiento de la invención se lleva a cabo a un valor de pH constante, y se agrega una base o un ácido para mantener constante el valor de pH. Preferentemente, sin embargo, el valor de pH durante la etapa (b) está disminuyendo, y no se está agregando base ni ácido que no sea, opcionalmente, HCN. En tales realizaciones, al final de la etapa (b), el valor de pH puede haber caído de 2 a
- 65

4.

La etapa (b) se puede realizar en cualquier tipo de recipiente de reacción que permita la manipulación del ácido cianhídrico. Son útiles, por ejemplo, matraces, reactores de tanque agitado y cascadas de dos o más reactores de tanque agitado.

De la etapa (b), una solución acuosa del enantiómero L, un dinitrilo de fórmula (B):



y se obtendrá su correspondiente sal de metal alcalino, también denominada brevemente dinitrilo (B) o sal de metal alcalino de dinitrilo (B), respectivamente.

En la etapa (c), el dinitrilo resultante de la etapa (b) se saponificará en dos etapas (c1) y (c2) a diferentes temperaturas, empleando cantidades estequiométricas de hidróxido o un exceso de 1,01 a 1,5 moles de hidróxido por cada suma molar de grupos COOH y grupos nitrilo de dinitrilo de la etapa (b), preferentemente de 1,01 a 1,2 moles.

Una temperatura diferente significa en el contexto de la etapa (c) que la temperatura promedio de la etapa (c1) es diferente de la temperatura promedio de la etapa (c2). Preferentemente, la etapa (c1) se realiza a una temperatura inferior a la etapa (c2). Incluso más preferentemente, la etapa (c2) se realiza a una temperatura promedio que es al menos 20 °C más alta que la temperatura promedio de la etapa (c1). Hidróxido en el contexto de la etapa (c) se refiere a hidróxido de metal alcalino, preferentemente hidróxido de potasio o mezclas de hidróxido de sodio e hidróxido de potasio.

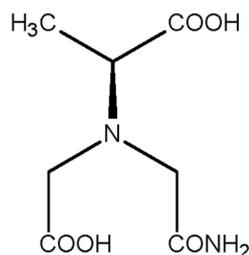
En las realizaciones en las que la sal de sodio se selecciona en la etapa (a), la saponificación en la etapa (c) se realiza con hidróxido de potasio o cualquier mezcla de hidróxido de potasio e hidróxido de sodio. En realizaciones en las que la sal de potasio se selecciona en la etapa (a), la saponificación en la etapa (c) se realiza con hidróxido de sodio o cualquier mezcla de hidróxido de potasio e hidróxido de sodio. En realizaciones en las que las mezclas de la sal de sodio y la sal de potasio se seleccionan en la etapa (a), la saponificación en la etapa (c) se realiza con hidróxido de potasio o hidróxido de sodio o una mezcla de hidróxido de potasio e hidróxido de sodio, pero con una proporción de sodio a potasio diferente en comparación con la etapa (a).

La etapa (c1) puede iniciarse agregando la solución resultante de la etapa (b) a una solución acuosa de hidróxido de metal alcalino o agregando una solución acuosa de hidróxido de metal alcalino a una solución resultante de la etapa (b). En otra realización, la solución resultante de la etapa (b) y una solución acuosa de hidróxido de metal alcalino se añaden simultáneamente a un recipiente.

Al calcular las cantidades estequiométricas de hidróxido a añadir en la etapa (c1), la cantidad molar teórica total de dinitrilo (B) se multiplica por 3, y las cantidades de álcali ya presentes de la etapa (a) y, opcionalmente de la etapa (b), se restan.

La etapa (c1) se puede llevar a cabo a una temperatura en el intervalo de 20 a 80 °C, preferentemente de 40 a 70 °C. En el contexto de la etapa (c1) "temperatura" se refiere a la temperatura promedio.

Como resultado de la etapa (c1), se puede obtener una solución acuosa de la diamida respectiva y su sal de metal alcalino respectiva, siendo M el metal alcalino. Dicha solución también puede contener L-MGDA y la correspondiente monoamida y/o su sal de metal mono- o di-alcalina.



5

10

En una realización de la presente invención, la etapa (c2) se puede llevar a cabo a una temperatura en el intervalo de 130 a 195 °C, preferentemente de 175 a 195 °C. En el contexto de la etapa (c2), el término "temperatura" se refiere a la temperatura promedio.

15

En una realización de la presente invención, la etapa (c2) tiene un tiempo de residencia promedio en el intervalo de 5 a 180 minutos.

20

En realizaciones preferentes, el intervalo más alto del intervalo de temperatura de la etapa (c2) tal como 185 a 195 °C se combina con un tiempo de residencia corto como 10 a 40 minutos, o el intervalo más bajo del intervalo de temperatura de la etapa (c2) como 120 °C a 180 °C se combina con un tiempo de residencia más largo, como 40 a 70 minutos, o una temperatura promedio, como 185 °C, se combina con un tiempo de residencia medio, como 15 a 45 minutos.

25

En una realización especial de la presente invención, la etapa (c1) se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 20 a 80 °C y la etapa (c2) se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 50 a 150 °C con un tiempo de residencia promedio de las etapas (c1) y (c2) de 30 minutos a 8 horas.

30

La etapa (c2) puede realizarse en el mismo reactor que la etapa (c1) o, en el caso de un procedimiento continuo, en un reactor diferente.

En una realización de la presente invención, la etapa (c2) se lleva a cabo con un exceso de base. Por ejemplo, es posible emplear 1,01 a 1,2 moles de hidróxido por mol de grupo nitrilo.

35

Dependiendo del tipo de reactor en el que se realiza la etapa (c2), como un reactor de flujo de tapón ideal, el tiempo de residencia promedio puede reemplazarse por el tiempo de residencia.

40

En una realización de la presente invención, la etapa (c1) se está llevando a cabo en un reactor de tanque agitado continuo y la etapa (c2) se está llevando a cabo en un segundo reactor de tanque agitado continuo. En una realización preferente, la etapa (c1) se lleva a cabo en un reactor de tanque agitado continuo y la etapa (c2) se lleva a cabo en un reactor de flujo de tapón, tal como un reactor tubular.

45

En una realización de la presente invención, la etapa (c1) del procedimiento de la invención se lleva a cabo a presión elevada, por ejemplo, de 1,05 a 6 bar. En otra realización, la etapa (c1) del procedimiento de la invención se lleva a cabo a presión normal.

50

Especialmente en realizaciones en las que la etapa (c2) se lleva a cabo en un reactor de flujo de tapón, la etapa (c2) se puede llevar a cabo a presión elevada tal como 1,5 a 40 bar, preferentemente al menos 20 bar. La presión elevada puede lograrse con la ayuda de una bomba o mediante elevación de presión autógena.

Preferentemente, las condiciones de presión de las etapas (c1) y (c2) se combinan en la forma en que la etapa (c2) se lleva a cabo a una presión más alta que la etapa (c1).

55

Durante la etapa (c2), se produce una racemización parcial. Sin desear limitarse a ninguna teoría, es probable que la racemización se produzca en el escenario de la L-monoamida o L-MGDA anterior.

60

En una realización de la presente invención, el procedimiento inventivo puede comprender etapas distintas de las etapas (a), (b) y (c) descritas anteriormente. Dichas etapas adicionales pueden ser, por ejemplo, una o más etapas de decoloración, por ejemplo, con carbón activado o con peróxido como H₂O₂.

65

Una etapa adicional que no es la etapa (a), (b) o (c) que se lleva a cabo preferentemente después de la etapa (c2) se extrae con nitrógeno o vapor para eliminar el amoníaco. Dicha extracción se puede llevar a cabo a temperaturas en el intervalo de 90 a 110 °C. Por medio de la extracción con nitrógeno o aire, se puede eliminar el agua de la solución así obtenida. La extracción se lleva a cabo preferentemente a una presión inferior a la presión normal, tal como 650 a 950 mbar.

En las realizaciones en las que se desea una solución inventiva, la solución obtenida de la etapa (c2) simplemente se enfría y, opcionalmente, se concentra eliminando parcialmente el agua. Si se requieren muestras secas de mezclas de la invención, el agua se puede eliminar, por ejemplo, mediante secado por pulverización o granulación por pulverización.

5

El procedimiento de la invención se puede llevar a cabo como un procedimiento por lotes, o como un procedimiento semicontinuo o continuo.

10

Un aspecto adicional de la presente invención es el uso de una mezcla inventiva o una solución inventiva para la fabricación de composiciones detergentes para lavado de ropa y de composiciones detergentes para limpiadores. Otro aspecto es un procedimiento para la fabricación de composiciones detergentes para lavado de ropa y composiciones detergentes para limpiadores usando una mezcla inventiva o una solución inventiva. Dependiendo de si se desea una mezcla en formulación acuosa o en materia seca, y dependiendo de si se desea una composición detergente líquida o sólida, se puede usar una solución acuosa inventiva o una mezcla inventiva de isómeros. La mezcla se puede realizar mediante etapas de formulación conocidas per se.

15

20

En particular, cuando la mezcla se lleva a cabo con una solución inventiva para la producción de composiciones detergentes sólidas para lavado de ropa o una composición detergente sólida para limpiadores, tal uso es ventajoso porque permite agregar solo cantidades reducidas de agua, que será eliminada más tarde, y permite una gran flexibilidad porque no hay ingredientes adicionales como polímeros, tensioactivos o sales que de otra manera reduzcan la flexibilidad del fabricante del detergente.

25

En una realización de la presente invención, las soluciones acuosas de la invención pueden usarse como tal para la fabricación de composiciones detergentes para lavado de ropa o para composiciones detergentes para limpiadores. En otras realizaciones, las soluciones acuosas de la invención pueden usarse en forma total o preferentemente parcialmente neutralizada para la fabricación de composiciones detergentes para lavado de ropa o para composiciones detergentes para limpiadores. En una realización, las soluciones acuosas de la invención pueden usarse en forma neutralizada total o preferentemente parcialmente para la fabricación de composiciones detergentes para lavado de ropa o de composiciones detergentes para limpiadores, dicha neutralización se realiza con un ácido inorgánico (ácido mineral). Los ácidos inorgánicos preferentes se seleccionan de H_2SO_4 , HCl y H_3PO_4 . En otras realizaciones, las soluciones acuosas de la invención se pueden usar en forma neutralizada total o preferentemente parcialmente para la fabricación de composiciones detergentes para lavado de ropa o de composiciones detergentes para limpiadores, dicha neutralización se realiza con un ácido orgánico. Los ácidos orgánicos preferentes se seleccionan de CH_3SO_3H , ácido acético, ácido propiónico y ácido cítrico.

30

35

40

En el contexto de la presente invención, el término "composición detergente para limpiadores" incluye limpiadores para el cuidado del hogar y para aplicaciones industriales o institucionales. El término "composición detergente para limpiadores" incluye composiciones para lavar los platos, especialmente para lavar los platos a mano y para el lavado automático de vajilla y cubiertos, y composiciones para la limpieza de superficies duras, tales como, entre otras, composiciones para la limpieza del baño, limpieza de la cocina, limpieza del piso, descalcificación de tuberías, limpieza de ventanas, limpieza de automóviles, incluida la limpieza de camiones, además, limpieza de plantas abiertas, limpieza en el lugar, limpieza de metales, limpieza desinfectante, limpieza de granjas, limpieza a alta presión, pero no composiciones de detergentes para lavado de ropa.

45

En el contexto de la presente invención y, a menos que se indique expresamente lo contrario, los porcentajes en el contexto de los ingredientes de las composiciones detergentes para lavado de ropa son porcentajes en peso y se refieren al contenido de sólidos totales de la composición detergente para lavado de ropa respectiva. En el contexto de la presente invención y, a menos que se indique expresamente lo contrario, los porcentajes en el contexto de los ingredientes de la composición detergente para limpiadores son porcentajes en peso y se refieren al contenido total de sólidos de la composición detergente para limpiadores.

50

55

En una realización de la presente invención, las composiciones detergentes para lavado de ropa de acuerdo con la presente invención pueden contener del 1 al 30% en peso de la mezcla de la invención. Los porcentajes se refieren al contenido total de sólidos de la composición detergente para lavado de ropa respectiva.

60

En una realización de la presente invención, las composiciones detergentes para limpiadores de acuerdo con la presente invención pueden contener en el intervalo de 1 a 50% en peso de la mezcla de la invención, preferentemente de 5 a 40% en peso y aún más preferentemente de 10 a 25% en peso. Los porcentajes se refieren al contenido total de sólidos de la composición detergente respectiva para el cuidado en el hogar.

65

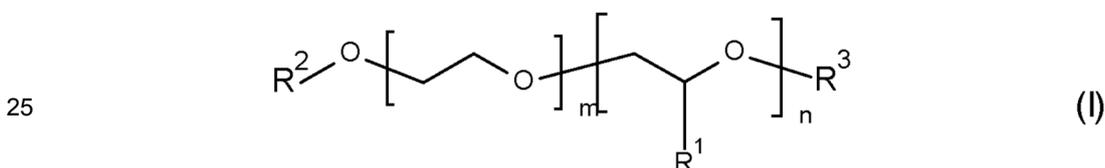
Las composiciones detergentes para lavado de ropa particularmente ventajosas y las composiciones detergentes para limpiadores, especialmente para el cuidado en el hogar, pueden contener uno o más agentes complejantes distintos de MGDA. Las composiciones detergentes ventajosas para limpiadores y las composiciones detergentes ventajosas para lavado de ropa pueden contener uno o más agentes complejantes (en el contexto de la presente invención, también denominados secuestrantes) distintos de una mezcla de acuerdo con la presente invención.

Ejemplos de secuestrantes distintos de una mezcla de acuerdo con la presente invención son IDS (iminodisuccinato), citrato, derivados de ácido fosfónico, por ejemplo, la sal disódica del ácido hidroxietano-1,1-difosfónico ("HEDP") y polímeros con grupos complejantes como, por ejemplo, polietilenimina en la que del 20 al 90% en moles de los átomos de N contienen al menos un grupo CH₂COO⁻, y las respectivas sales de metales alcalinos de los secuestrantes anteriores, especialmente sus sales de sodio, por ejemplo, IDS-Na₄, y citrato trisódico y fosfatos como STPP (tripolifosfato de sodio). Debido al hecho de que los fosfatos plantean preocupaciones medioambientales, se prefiere que las composiciones detergentes ventajosas para limpiadores y las composiciones detergentes ventajosas para lavado de ropa estén libres de fosfatos. "Libre de fosfato" debe entenderse en el contexto de la presente invención, que significa que el contenido de fosfato y polifosfato es, en suma, del orden de 10 ppm a 0,2% en peso, determinado por análisis gravimétrico.

Las composiciones detergentes ventajosas para limpiadores y las composiciones detergentes para lavado de ropa ventajosas pueden contener uno o más tensioactivos, preferentemente uno o más tensioactivos no iónicos.

Los tensioactivos no iónicos preferentes son alcoholes alcoxilados, copolímeros di- y multi-bloques de óxido de etileno y óxido de propileno y productos de reacción de sorbitán con óxido de etileno u óxido de propileno, alquil poliglicósidos (APG), éteres mixtos de hidroxialquilo y óxidos de amina.

Ejemplos preferentes de alcoholes alcoxilados y alcoholes grasos alcoxilados son, por ejemplo, compuestos de la fórmula general (I):

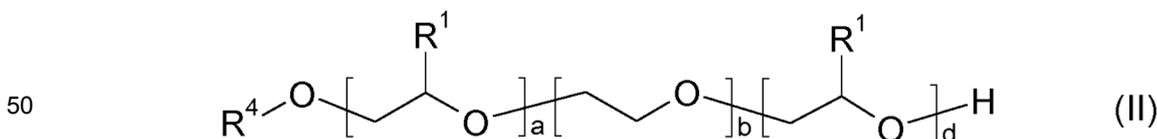


en la que las variables se definen de la siguiente manera:

R¹ es idéntico o diferente y se selecciona de hidrógeno y alquilo C₁-C₁₀ lineal, preferentemente en cada caso idéntico y etilo y particularmente preferentemente hidrógeno o metilo,
 R² se selecciona de alquilo C₈-C₂₂, ramificado o lineal, por ejemplo, n-C₈H₁₇, n-C₁₀H₂₁, n-C₁₂H₂₅, n-C₁₄H₂₉, n-C₁₆H₃₃ o n-C₁₈H₃₇,
 R³ se selecciona de alquilo C₁-C₁₀, metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, sec-butilo, terc-butilo, n-pentilo, isopentilo, sec-pentilo, neopentilo, 1, 2-dimetilpropilo, isoamilo, n-hexilo, isohexilo, sec-hexilo, n-heptilo, n-octilo, 2-etilhexilo, n-nonilo, n-decilo o isodecilo,
 m y n se encuentran en el intervalo de cero a 300, en el que la suma de n y m es al menos uno, preferentemente en el intervalo de 3 a 50. Preferentemente, m está en el intervalo de 1 a 100 y n está en el intervalo de 0 a 30.

En una realización, los compuestos de la fórmula general (I) pueden ser copolímeros en bloque o copolímeros aleatorios, dando preferencia a los copolímeros en bloque.

Otros ejemplos preferentes de alcoholes alcoxilados son, por ejemplo, compuestos de la fórmula general (II):

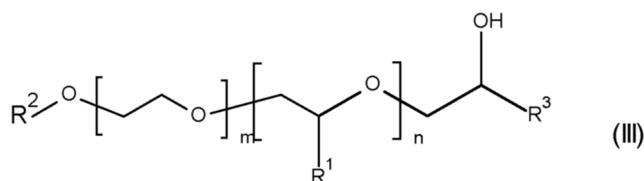


en el que las variables se definen de la siguiente manera:

R¹ es idéntico o diferente y se selecciona de hidrógeno y alquilo C₁-C₁₀ lineal, preferentemente idéntico en cada caso y etilo y particularmente preferentemente hidrógeno o metilo,
 R⁴ se selecciona de alquilo C₆-C₂₀, ramificado o lineal, en particular n-C₈H₁₇, n-C₁₀H₂₁, n-C₁₂H₂₅, n-C₁₃H₂₇, n-C₁₅H₃₁, n-C₁₄H₂₉, n-C₁₆H₃₃, n-C₁₈H₃₇,
 a es un número en el intervalo de cero a 10, preferentemente de 1 a 6,
 b es un número en el intervalo de 1 a 80, preferentemente de 4 a 20,
 d es un número en el intervalo de cero a 50, preferentemente de 4 a 25.

La suma a + b + d se encuentra preferentemente en el intervalo de 5 a 100, incluso más preferentemente en el intervalo de 9 a 50.

Los ejemplos preferentes de éteres mixtos de hidroxialquilo son compuestos de fórmula general (III):



en el que las variables se definen de la siguiente manera:

R¹ es idéntico o diferente y se selecciona de hidrógeno y alquilo C₁-C₁₀ lineal, preferentemente en cada caso idéntico y etilo y particularmente preferentemente hidrógeno o metilo,

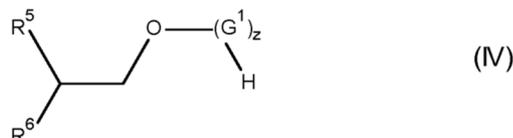
R² se selecciona de alquilo C₈-C₂₂, ramificado o lineal, por ejemplo, iso-C₁₁H₂₃, iso-C₁₃H₂₇, n-C₈H₁₇, n-C₁₀H₂₁, n-C₁₂H₂₅, n-C₁₄H₂₉, n-C₁₆H₃₃ o n-C₁₈H₃₇,

R³ se selecciona de alquilo C₁-C₁₈, metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, sec-butilo, terc-butilo, n-pentilo, isopentilo, sec-pentilo, neopentilo, 1,2-dimetilpropilo, isoamilo, n-hexilo, isohexilo, sec-hexilo, n-heptilo, n-octilo, 2-etilhexilo, n-nonilo, n-decilo, isodecilo, n-dodecilo, n-tetradecilo, n-hexadecilo y n-octadecilo.

Las variables m y n se encuentran en el intervalo de cero a 300, en el que la suma de n y m es al menos uno, preferentemente en el intervalo de 5 a 50. Preferentemente, m está en el intervalo de 1 a 100 y n está en el intervalo de 0 a 30.

Los compuestos de fórmula general (II) y (III) pueden ser copolímeros en bloque o copolímeros aleatorios, dando preferencia a los copolímeros en bloque.

Otros tensioactivos no iónicos adecuados se seleccionan de copolímeros di- y multi-bloque, compuestos de óxido de etileno y óxido de propileno. Otros tensioactivos no iónicos adecuados se seleccionan de ésteres de sorbitán etoxilados o propoxilados. También son adecuados los óxidos de amina o los poliglucósidos de alquilo, especialmente los poliglucósidos de alquilo C₄-C₁₆ lineales y los poliglicósidos de alquilo C₈-C₁₄ ramificados tales como los compuestos de fórmula general promedio (IV):



en la que:

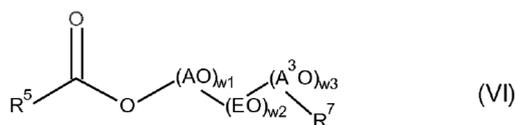
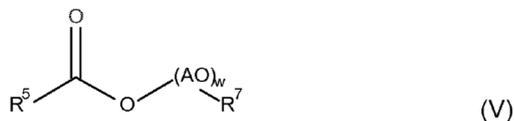
R⁵ es alquilo C₁-C₄, en particular etilo, n-propilo o isopropilo,

R⁶ es -(CH₂)₂-R⁵,

G¹ se selecciona de monosacáridos con 4 a 6 átomos de carbono, especialmente de glucosa y xilosa, y sus mezclas,

z está en el intervalo de 1,1 a 4, siendo z un número promedio.

Otros ejemplos de tensioactivos no iónicos son compuestos de fórmula general (V) y (VI):



AO se selecciona de óxido de etileno, óxido de propileno y óxido de butileno,

EO es óxido de etileno, CH₂CH₂-O,

R⁷ se selecciona de alquilo C₈-C₁₈, ramificado o lineal

A³O se selecciona de óxido de propileno y óxido de butileno,

w es un número en el intervalo de 15 a 70, preferentemente de 30 a 50,

w₁ y w₃ son números en el intervalo de 1 a 5, y

w₂ es un número en el intervalo de 13 a 35.

Se puede encontrar una descripción general de tensioactivos no iónicos adicionales adecuados en el documento EP-A 0 851 023 y en el documento DE-A 198 19 187.

También pueden estar presentes mezclas de dos o más tensioactivos no iónicos diferentes.

5

Otros tensioactivos que pueden estar presentes se seleccionan de tensioactivos anfóteros (de ion híbrido, *zwitteriónico*) y tensioactivos aniónicos y mezclas de los mismos.

10

Ejemplos de tensioactivos anfóteros son aquellos que tienen una carga positiva y una carga negativa en la misma molécula en condiciones de uso. Ejemplos preferentes de tensioactivos anfóteros son los llamados tensioactivos betaína. Muchos ejemplos de tensioactivos betaína tienen un átomo de nitrógeno cuaternizado y un grupo de ácido carboxílico por molécula. Un ejemplo particularmente preferente de tensioactivos anfóteros es la cocamidopropil betaína (lauramidopropil betaína).

15

Ejemplos de tensioactivos de óxido de amina son compuestos de la fórmula general (VII):



20

en la que R^{10} , R^8 y R^9 se seleccionan independientemente entre sí de restos alifáticos, cicloalifáticos o alquileo C_2-C_4 alquilamido $C_{10}-C_{20}$. Preferentemente, R^{10} se selecciona de alquilo C_8-C_{20} o alquileo C_2-C_4 alquilamido $C_{10}-C_{20}$ y R^8 y R^9 son ambos metilo.

25

Un ejemplo particularmente preferente es lauril dimetil aminóxido, a veces también llamado óxido de lauramina. Otro ejemplo particularmente preferente es el cocamidilpropil dimetilaminóxido, a veces también llamado óxido de cocamidopropilamina.

30

Ejemplos de tensioactivos aniónicos adecuados son sales de metales alcalinos y de amonio de alquil sulfatos C_8-C_{18} , de polietersulfatos de alcohol graso C_8-C_{18} , de semiésteres de ácido sulfúrico de alquilfenoles C_4-C_{12} etoxilados (etoxilación: 1 a 50 moles de óxido de etileno/mol), ésteres alquílicos de ácido graso sulfo $C_{12}-C_{18}$, por ejemplo, de ésteres metílicos de ácido graso sulfo $C_{12}-C_{18}$, además de ácidos alquilsulfónicos $C_{12}-C_{18}$ y de ácidos alquilarilsulfónicos $C_{10}-C_{18}$. Se da preferencia a las sales de metales alcalinos de los compuestos mencionados anteriormente, particularmente preferentemente las sales de sodio.

35

Otros ejemplos de tensioactivos aniónicos adecuados son jabones, por ejemplo, las sales de sodio o potasio de ácido estearóico, ácido oleico, ácido palmítico, carboxilatos de éter y fosfatos de alquiléter.

Preferentemente, las composiciones detergentes para lavado de ropa contienen al menos un tensioactivo aniónico.

40

En una realización de la presente invención, las composiciones detergentes para lavado de ropa pueden contener del 0,1 al 60% en peso de al menos un tensioactivo, seleccionado de tensioactivos aniónicos, tensioactivos anfóteros y tensioactivos de óxido de amina.

45

En una realización de la presente invención, las composiciones detergentes para limpiadores pueden contener del 0,1 al 60% en peso de al menos un tensioactivo, seleccionado de tensioactivos aniónicos, tensioactivos anfóteros y tensioactivos de óxido de amina.

En una realización preferente, las composiciones detergentes para limpiadores y especialmente aquellas para lavavajillas automáticos no contienen ningún tensioactivo aniónico.

50

Las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa pueden contener al menos un agente blanqueador, también denominado blanqueador. Los agentes blanqueadores se pueden seleccionar de blanqueador de cloro y blanqueador de peróxido, y el blanqueador de peróxido se puede seleccionar de blanqueador de peróxido inorgánico y blanqueador de peróxido orgánico. Se prefieren los blanqueadores de peróxido inorgánico, seleccionados entre percarbonato de metal alcalino, perborato de metal alcalino y persulfato de metal alcalino.

55

Ejemplos de blanqueadores de peróxido orgánicos son ácidos percarboxílicos orgánicos, especialmente ácidos percarboxílicos orgánicos.

60

Los blanqueadores que contienen cloro adecuados son, por ejemplo, 1,3-dicloro-5,5-dimetilhidantoína, N-clorosulfamida, cloramina T, cloramina B, hipoclorito de sodio, hipoclorito de calcio, hipoclorito de magnesio, hipoclorito de potasio, dicloroisocianurato de potasio y dicloroisocianurato de sodio.

65

Las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa pueden comprender, por ejemplo, en el intervalo de 3 a 10% en peso de blanqueador que contiene cloro.

5 Las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa pueden comprender uno o más catalizadores de blanqueo. Los catalizadores de blanqueo se pueden seleccionar de sales de metales de transición o complejos de metales de transición que aumentan el blanqueo, tales como, por ejemplo, complejos de manganeso, hierro, cobalto, rutenio o molibdeno-saleno o complejos de carbonilo. Los complejos de manganeso, hierro, cobalto, rutenio, molibdeno, titanio, vanadio y cobre con ligandos de trípode que contienen nitrógeno y también complejos de cobalto, hierro, cobre y rutenio-amina también se pueden usar como catalizadores de blanqueo.

10 Las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa pueden comprender uno o más activadores de blanqueo, por ejemplo, sales de N-metilmorfolinio-acetonitrilo ("sales de MMA"), sales de trimetilamonio acetónitrilo, N-acilimidazoles tales como, por ejemplo, N-nonanoilsuccinimida, 1,5-diacetil-2,2-dioxohexahidro-1,3,5-triazina ("DADHT") o quats de nitrilo (sales de trimetilamonio acetónitrilo).

15 Otros ejemplos de activadores de blanqueo adecuados son tetraacetiletilendiamina (TAED) y tetraacetilhexilendiamina.

20 Las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa pueden comprender uno o más inhibidores de corrosión. En el presente caso, debe entenderse que incluye aquellos compuestos que inhiben la corrosión del metal. Ejemplos de inhibidores de corrosión adecuados son triazoles, en particular benzotriazoles, bisbenzotriazoles, aminotriazoles, alquilaminotriazoles, también derivados de fenol como, por ejemplo, hidroquinona, pirocatecol, hidroxihidroquinona, ácido gálico, florglucinol o pirogalol.

25 En una realización de la presente invención, las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa comprenden en total en el intervalo de 0,1 a 1,5% en peso de inhibidor de corrosión.

30 Las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa pueden comprender uno o más mejoradores, seleccionados entre mejoradores orgánicos e inorgánicos. Ejemplos de mejoradores inorgánicos adecuados son sulfato sódico o carbonato sódico o silicatos, en particular disilicato sódico y metasilicato sódico, zeolitas, silicatos en láminas, en particular los de la fórmula α - $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$, β - $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ y δ - $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$, también sulfonatos de ácidos grasos, ácido α -hidroxipropiónico, malonatos de metales alcalinos, sulfonatos de ácidos grasos, disuccinatos de alquilo y alqueno, diacetato de ácido tartárico, monoacetato de ácido tartárico, almidón oxidado y adyuvantes poliméricos, por ejemplo, policarboxilatos y ácido poliespártico.

35 Ejemplos de mejoradores orgánicos son especialmente polímeros y copolímeros. En una realización de la presente invención, los mejoradores orgánicos se seleccionan de policarboxilatos, por ejemplo, sales de metales alcalinos de homopolímeros de ácido (met)acrílico o copolímeros de ácido (met)acrílico.

40 Los comonomeros adecuados son ácidos dicarboxílicos monoetilénicamente insaturados tales como ácido maleico, ácido fumárico, anhídrido maleico, ácido itacónico y ácido citracónico. Un polímero adecuado es en particular el ácido poliacrílico, que preferentemente tiene un peso molecular promedio M_w en el intervalo de 2000 a 40 000 g/mol, preferentemente 2000 a 10 000 g/mol, en particular 3000 a 8000 g/mol. También son adecuados los policarboxilatos copoliméricos, en particular los del ácido acrílico con ácido metacrílico y del ácido acrílico o ácido metacrílico con ácido maleico y/o ácido fumárico, y en el mismo intervalo de peso molecular.

50 También es posible usar copolímeros de al menos un monómero del grupo que consiste en ácidos C_3 - C_{10} -mono- o C_4 - C_{10} -di-carboxílicos monoetilénicamente insaturados o anhídridos de los mismos, tales como ácido maleico, anhídrido maleico, ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido fumárico, ácido itacónico y ácido citracónico, con al menos un monómero hidrófilo o hidrófobo como se enumera a continuación.

55 Los monómeros hidrófobos adecuados son, por ejemplo, isobuteno, diisobuteno, buteno, penteno, hexeno y estireno, olefinas con 10 o más átomos de carbono o mezclas de los mismos, como, por ejemplo, 1-deceno, 1-dodeceno, 1-tetradeceno, 1-hexadeceno, 1-octadeceno, 1-eicoseno, 1-docoseno, 1-tetracoseno y 1-hexacoseno, α -olefina C_{22} , una mezcla de α -olefinas C_{20} - C_{24} y poliisobuteno que tiene un promedio de 12 a 100 átomos de carbono por molécula.

60 Los monómeros hidrófilos adecuados son monómeros con grupos sulfonato o fosfonato, y también monómeros no iónicos con función hidroxilo u grupos de óxido de alqueno. A modo de ejemplo, se pueden mencionar: alcohol alílico, isoprenol, (met)acrilato de metoxipolietilenglicol, (met)acrilato de metoxipolipropilenglicol, (met)acrilato de metoxipolibutilenglicol, (met)acrilato de metoxi-poli(óxido de propileno-óxido de co-etileno), (met)acrilato de etoxipolietilenglicol, (met)acrilato de etoxipolipropilenglicol, (met)acrilato de etoxipolibutilenglicol y (met)acrilato de etoxipoli(óxido de propileno-óxido de co-etileno). En este caso, los polialquilenglicoles pueden comprender de 3 a 50, en particular de 5 a 40 y especialmente de 10 a 30 unidades de óxido de alqueno por molécula.

65

- Los monómeros que contienen grupos ácido sulfónico particularmente preferentes aquí son ácido 1-acrilamido-1-propanosulfónico, ácido 2-acrilamido-2-propanosulfónico, ácido 2-acrilamido-2-metilpropanosulfónico, ácido 2-metacrilamido-2-metilpropanosulfónico, ácido 3-metacrilamido-2-hidroxi-propanosulfónico, ácido alilsulfónico, ácido metalilsulfónico, ácido aliloxibencenosulfónico, ácido metaliloxibencenosulfónico, ácido 2-hidroxi-3-(2-propenilo)propanosulfónico, ácido 2-metil-2-propeno-1-sulfónico, ácido estirenosulfónico, ácido vinilsulfónico, acrilato de 3-sulfopropilo, metacrilato de 2-sulfoetilo, metacrilato de 3-sulfopropilo, sulfometacrilamida, sulfometilmetacrilamida y sales de dichos ácidos, como sus sales de sodio, potasio o amonio.
- Los monómeros que contienen grupos fosfonato particularmente preferentes son el ácido vinilfosfónico y sus sales.
- Otro ejemplo de mejorador es la carboximetil inulina.
- Además, los polímeros anfóteros también se pueden usar como mejoradores.
- Las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa de acuerdo con la invención pueden comprender, por ejemplo, en el intervalo de un total de 10 a 70% en peso, preferentemente hasta 50% en peso, de adyuvante. En el contexto de la presente invención, el MGDA no se considera como un mejorador.
- En una realización de la presente invención, las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa de acuerdo con la invención pueden comprender uno o más mejoradores.
- Las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa pueden comprender uno o más antiespumantes seleccionados, por ejemplo, de aceites de silicona y aceites de parafina.
- En una realización de la presente invención, las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa comprenden en total en el intervalo de 0,05 a 0,5% en peso de antiespumante.
- Las composiciones detergentes para limpiadores y detergentes para lavado de ropa de acuerdo con la invención pueden comprender una o más enzimas. Ejemplos de enzimas son lipasas, hidrolasas, amilasas, proteasas, celulasas, esterases, pectinasas, lactasas y peroxidases.
- En una realización de la presente invención, las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa de acuerdo con la presente invención pueden comprender, por ejemplo, hasta 5% en peso de enzima, dando preferencia a 0,1 a 3% en peso. Dicha enzima puede estabilizarse, por ejemplo, con la sal de sodio de al menos un ácido carboxílico C₁-C₃ o ácido dicarboxílico C₄-C₁₀. Se prefieren los formiatos, acetatos, adipatos y succinatos.
- En una realización de la presente invención, las composiciones detergentes para limpiadores y las composiciones detergentes para lavado de ropa de acuerdo con la invención comprenden al menos una sal de zinc. Las sales de zinc se pueden seleccionar de sales de zinc solubles en agua e insolubles en agua. A este respecto, dentro del contexto de la presente invención, insoluble en agua se usa para referirse a aquellas sales de zinc que, en agua destilada a 25 °C, tienen una solubilidad de 0,1 g/l o menos. Por consiguiente, las sales de zinc que tienen una mayor solubilidad en agua se denominan, en el contexto de la presente invención, sales de zinc solubles en agua.
- En una realización de la presente invención, la sal de zinc se selecciona de benzoato de zinc, gluconato de zinc, lactato de zinc, formiato de zinc, ZnCl₂, ZnSO₄, acetato de zinc, citrato de zinc, Zn(NO₃)₂, Zn(CH₃SO₃)₂ y galato de zinc, preferentemente ZnCl₂, ZnSO₄, acetato de zinc, citrato de zinc, Zn(NO₃)₂, Zn(CH₃SO₃)₂ y galato de zinc.
- En otra realización de la presente invención, la sal de zinc se selecciona de ZnO, ZnO.ac, Zn(OH)₂ y ZnCO₃. Se da preferencia a ZnO.ac.
- En una realización de la presente invención, la sal de zinc se selecciona de óxidos de zinc con un diámetro promedio de partícula (promedio en peso) en el intervalo de 10 nm a 100 μm.
- El catión en la sal de zinc puede estar presente en forma compleja, por ejemplo, complejada con ligandos de amoniaco o ligandos de agua, y en particular puede estar presente en forma hidratada. Para simplificar la notación, dentro del contexto de la presente invención, los ligandos generalmente se omiten si son ligandos de agua.
- Dependiendo de cómo se ajuste el pH de la mezcla de acuerdo con la invención, la sal de zinc puede cambiar. De este modo, por ejemplo, es posible usar acetato de zinc o ZnCl₂ para preparar la formulación de acuerdo con la invención, pero esto se convierte a un pH de 8 o 9 en un entorno acuoso en ZnO, Zn(OH)₂ o ZnO.ac, que puede estar presente en forma no compleja o compleja.
- La sal de zinc puede estar presente en aquellas composiciones detergentes para limpiadores de acuerdo con la

invención que son sólidas a temperatura ambiente, preferentemente están presentes en forma de partículas que tienen, por ejemplo, un diámetro promedio (promedio numérico) en el intervalo de 10 nm a 100 µm, preferentemente de 100 nm a 5 µm, determinado, por ejemplo, por dispersión de rayos X.

5 La sal de zinc puede estar presente en aquellas composiciones detergentes para el hogar que son líquidas a temperatura ambiente en forma disuelta o sólida o en forma coloidal.

10 En una realización de la presente invención, las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa comprenden en total en el intervalo de 0,05 a 0,4% en peso de sal de zinc, basado en cada caso en el contenido de sólidos de la composición en cuestión.

En este caso, la fracción de sal de zinc se proporciona como zinc o iones de zinc. A partir de esto, es posible calcular la fracción de contraión.

15 En una realización de la presente invención, las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa de acuerdo con la invención están libres de metales pesados aparte de compuestos de zinc. En el contexto de la presente invención, esto puede entenderse como que las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa de acuerdo con la invención están libres de aquellos compuestos de metales pesados que no actúan como catalizadores de blanqueo, en particular de compuestos de hierro y de bismuto. Dentro del contexto de la presente invención, "libre de" en relación con compuestos de metales pesados debe entenderse que significa que el contenido de compuestos de metales pesados que no actúan como catalizadores de blanqueo está en el intervalo de 0 a 100 ppm, determinado por el procedimiento de blanqueo y basado en el contenido de sólidos. Preferentemente, la formulación de acuerdo con la invención tiene, aparte del zinc, un contenido de metales pesados por debajo de 0,05 ppm, basado en el contenido de sólidos de la formulación en cuestión. Por lo tanto, la fracción de zinc no está incluida.

30 En el contexto de la presente invención, se considera que los "metales pesados" son todos metales con una densidad específica de al menos 6 g/cm³ con la excepción del zinc. En particular, los metales pesados son metales como el bismuto, hierro, cobre, plomo, estaño, níquel, cadmio y cromo.

Preferentemente, las composiciones detergentes para limpiadores y composiciones detergentes para lavado de ropa de acuerdo con la invención no comprenden fracciones mensurables de compuestos de bismuto, es decir, por ejemplo, menos de 1 ppm.

35 En una realización de la presente invención, las composiciones detergentes de acuerdo con la presente invención comprenden uno o más ingredientes adicionales tales como fragancias, colorantes, solventes orgánicos, tampones, desintegrantes para tabletas y/o ácidos tales como ácido metilsulfónico.

40 Las composiciones detergentes de ejemplo preferentes para lavavajillas automáticos se pueden seleccionar de acuerdo con la Tabla 1.

Tabla 1: Ejemplos de composiciones detergentes para lavavajillas automáticos

	Todas las cantidades en g/muestra	ADW.1	ADW.2	ADW.3
45	mezcla inventiva, ee: 30,6%	30	22,5	15
	Proteasa	2,5	2,5	2,5
	Amilasa	1	1	1
50	n-C ₁₈ H ₃₇ -O(CH ₂ CH ₂ O) ₉ H	5	5	5
	Ácido poliacrílico Mw 4000 g/mol como sal de sodio, completamente neutralizado	10	10	10
	Percarbonato de sodio	10,5	10,5	10,5
55	TAED	4	4	4
	Na ₂ Si ₂ O ₅	2	2	2
	Na ₂ CO ₃	19,5	19,5	19,5
60	Citrato trisódico dihidratado	15	22,5	30
	HEDP	0,5	0,5	0,5
	polietilenimina etoxilada, 20 EO/NH grupo, Mn: 30,000 g/mol	opcionalmente: 0,1	opcionalmente: 0,1	opcionalmente: 0,1

65 Las composiciones detergentes para lavado de ropa de acuerdo con la invención son útiles para lavar cualquier

tipo de ropa y cualquier tipo de fibras. Las fibras pueden ser de origen natural o sintético, o pueden ser mezclas de fibras naturales de fibras naturales y sintéticas. Ejemplos de fibras de origen natural son el algodón y la lana. Ejemplos de fibras de origen sintético son las fibras de poliuretano como Spandex® o Lycra®, fibras de poliéster o fibras de poliamida. Las fibras pueden ser fibras individuales o partes de textiles, como prendas tricotadas, telas o no tejidas.

La invención se ilustra adicionalmente mediante ejemplos de trabajo.

Observaciones generales:

El valor de ee se determinó por HPLC usando una columna Chirex 3126; (D)-penicilamina, 5 µm, 250×4,6 mm. La fase móvil (eluyente) fue una solución acuosa de CuSO₄ 0,5 mM. Inyección: 10 µl, flujo: 1,3 ml/min. Detección por luz UV a 254 nm. Temperatura: 20 °C. El tiempo de ejecución fue de 25 min. El valor de ee se determinó como la diferencia del % de área de los picos de L-MGDA y D-MGDA dividido por la suma del % de área de los picos de L-MGDA y D-MGDA. Preparación de la muestra: Se cargó un matraz de medición de 10 ml con 50 mg de material de prueba y luego se llenó la marca con el eluyente y luego se homogeneizó.

En cada caso, la solubilidad se refiere a MGDA sin agua hidratada.

I. Síntesis de mezclas inventivas.

Con excepción de los valores de ee, los porcentajes en el contexto de los ejemplos se refieren al porcentaje en peso a menos que se indique expresamente lo contrario.

I.1 Síntesis de una solución de L-alanina bis-acetonitrilo parcialmente neutralizado, etapas (a.1) y (b.1)

Etapa (a.1): se cargó un matraz agitado de 5 litros con 2100 g de agua desionizada y se calentó a 40 °C. Se añadieron 1200 g de L-alanina (13,47 mol, 98% ee). A la suspensión resultante se añadieron 700 g de solución acuosa de hidróxido de sodio al 50% en peso (8,75 mol) durante un período de 30 minutos. Durante la adición, la temperatura aumentó a 60 °C. Después de completar la adición del hidróxido de sodio, la suspensión se agitó a 60 ° durante 30 minutos. Se obtuvo una solución clara.

Etapa (b.1): se cargó un matraz agitado de 5 litros con 500 ml de agua y se calentó a 40 °C. Luego, se agregaron 2373 g de solución de L-alanina de acuerdo con la etapa (a.1) (8,00 moles), 1627 g de solución acuosa de formaldehído al 30% en peso (16,27 moles) y 220 g de cianuro de hidrógeno (8,15 moles) simultáneamente durante 60 minutos. Luego, se añadieron 220 g adicionales de cianuro de hidrógeno (8,15 moles) a 40 °C en 60 minutos. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se agitó durante 60 minutos adicionales a 40 °C. Se obtuvo una solución que contenía L-alanina bis-acetonitrilo parcialmente neutralizado.

I.2 Síntesis de una solución acuosa de MGDA-K_{2,35}Na_{0,65}, etapas (c1.1) y (c2.1)

Etapa (c1.1): se cargó un matraz agitado de 1,5 litros con 200 ml de agua y 50 g de solución acuosa de KOH al 50% y se calentó a 40 °C. Luego, simultáneamente se añadieron gota a gota 956,6 g de la solución anterior de L-alanina bis-acetonitrilo parcialmente neutralizado y 451,7 g de solución acuosa de KOH al 50%. Se pudo observar una reacción exotérmica. La mezcla de reacción se agitó a una temperatura de 70 a 75 °C durante 2 horas. Se obtuvo una solución parduzca.

Etapa (c2.1): la mezcla de reacción obtenida de acuerdo con (c1.1) se agitó a un promedio de 95 °C durante 7 horas. El color de la mezcla de reacción se volvió amarillo. El NH₃ formado durante la reacción se eliminó continuamente mediante separación. El volumen de la mezcla de reacción se mantuvo constante mediante la adición repetida de agua.

El MGDA-K_{2,35}Na_{0,65} obtenido de este modo se aisló por evaporación del agua. El rendimiento fue del 86%, determinado espectroscópicamente y mediante titulación de Fe(III+) en forma de FeCl₃ en solución acuosa. El exceso enantiomérico del enantiómero L fue del 86,2%.

La solución acuosa resultante tenía un contenido total de sólidos del 40% en peso. Se dejó enfriar a temperatura ambiente.

I.3 Síntesis de soluciones acuosas de MGDA-K_{2,35}Na_{0,65}, etapas (c1.2) y (c2.2)

Las etapas (a.1) y (b.1) se realizaron como se indicó anteriormente.

Etapa (c1.2): se cargó un matraz agitado de 1,5 litros con 100 ml de agua y 107 g de solución acuosa de KOH

al 50% y se calentó a 40 °C. Luego, simultáneamente, se agregaron gota a gota 2041 g de la solución anterior de L-alanina bis-acetonitrilo parcialmente neutralizado y 963,4 g de solución acuosa de KOH al 50%. Se pudo observar una reacción exotérmica. La mezcla de reacción se agitó a una temperatura de 40 °C durante 90 minutos adicionales. Se obtuvo una solución amarillenta.

Etapa (c2.2). La mezcla de reacción obtenida de acuerdo con (c1.2) se agitó a un promedio de 95 °C durante 9 horas y 30 minutos. El color de la mezcla de reacción se volvió amarillo. El NH₃ formado durante la reacción se removió continuamente mediante separación. El volumen de la mezcla de reacción se mantuvo constante mediante la adición repetida de agua.

El MGDA-K_{2,35}Na_{0,65} obtenido de este modo se aisló por evaporación del agua. El rendimiento fue del 90%, determinado espectroscópicamente y por valoración de Fe(+III). El exceso enantiomérico del enantiómero L fue del 77,4%.

La solución acuosa resultante tenía un contenido total de sólidos del 40% en peso. Se dejó enfriar a temperatura ambiente.

I.4 Síntesis de soluciones acuosas de MGDA-K_{2,35}Na_{0,65}, etapas (c1.3) y (c2.3)

La etapa (a.1) se realizó como se indicó anteriormente.

Las síntesis continuas de las soluciones ca. al 40%, de las soluciones inventivas, se llevaron a cabo en cascada de 6 reactores de tanque agitado, volumen total de 8,5 l. La mezcla de reacción pasó los 6 reactores de tanque agitado (STR.1 a STR.6) de manera consecutiva. El último reactor de tanque agitado que se pasó, STR.6, se conectó a un reactor tubular, TR.7. En los primeros tres reactores de tanque agitado, STR.1 a STR.3, se sintetizó L-alanina bis-acetonitrilo parcialmente neutralizado, y STR.1 a STR.3 se operaron a 40 °C. El tiempo de residencia promedio en STR.1 a STR.3 fue de 45 a 90 min en total. En los tres reactores de tanque agitado STR.4 a STR.6 se llevó a cabo la saponificación. STR.4 a STR.6 fueron operados a 60 °C. El tiempo de residencia promedio en STR.4 a STR.6 fue de 170 a 400 min en total. La saponificación se completó luego en el reactor tubular TR.7 que se operó a una temperatura de 150 °C. La presión en TR.7 fue de 22 bar, y el tiempo de residencia fue de 31 minutos. La eliminación final de amoníaco se realizó en una columna bajo presión normal usando vapor. El formaldehído (solución acuosa al 30%), una solución acuosa de L-alanina (I) y su sal de sodio obtenida de acuerdo con I.1, etapa (a.1) y 80% en moles del HCN requerido se agregaron a STR. 1, el 20% restante del HCN requerido se agregó a STR.2, la solución de hidróxido de potasio requerida se agregó a STR.4.

Las relaciones molares de los materiales de alimentación fueron las siguientes:

Suma de L-alanina y su sal de metal alcalino: 1,00.

Formaldehído = 1,95 a 2,05.

HCN = 1,95 a 2,10.

Hidróxido de metal alcalino = 3,15 (cantidad total de hidróxido de sodio, incluido el hidróxido de sodio agregado en la etapa (a.1).

Na/K: 0,65/2,35

El MGDA-K_{2,35}Na_{0,65} obtenido de este modo se aisló por evaporación del agua. El rendimiento fue del 90%, determinado espectroscópicamente y por valoración de Fe(III+). El exceso enantiomérico del enantiómero L fue del 53%.

II. Experimentos de solubilidad

II.1 Experimentos de solubilidad con una solución de MGDA-K_{2,35}Na_{0,65}, obtenido de acuerdo con 1.2

La solución acuosa de MGDA-K_{2,35}Na_{0,65} obtenido de acuerdo con 1.2 se concentró por evaporación de una parte del agua a 70 °C hasta que el contenido de sólidos fue del 64,5% en peso. Se dejó enfriar a temperatura ambiente.

Dicha solución no mostró ningún signo de cristalización o precipitación de MGDA-K_{2,35}Na_{0,65} incluso después de 90 días a 20 °C.

II.2 Experimentos de solubilidad con una solución de MGDA-K_{2,35}Na_{0,65}, obtenido de acuerdo con 1.3

La solución acuosa de MGDA-K_{2,35}Na_{0,65} obtenido de acuerdo con 1.3 se concentró por evaporación de una parte del agua a 70 °C hasta que el contenido de sólidos fue del 61,1% en peso. Se dejó enfriar a temperatura ambiente.

Dicha solución no mostró ningún signo de cristalización o precipitación de MGDA-K_{2,35}Na_{0,65} incluso después de 90 días a 20 °C.

II.3 Experimentos de solubilidad con una solución de MGDA-K_{2,35}Na_{0,65}, obtenido de acuerdo con 1.4

La solución acuosa de $\text{MGDA-K}_{2,35}\text{Na}_{0,65}$ obtenido de acuerdo con 1.4 se concentró por evaporación de una parte del agua a 70 °C hasta que el contenido de sólidos fue del 65% en peso. Se dejó enfriar a temperatura ambiente. Dicha solución no mostró ningún signo de cristalización o precipitación de $\text{MGDA-K}_{2,35}\text{Na}_{0,65}$ incluso después de 90 días a 20 °C.

5

REIVINDICACIONES

1. Una solución acuosa que contiene en el intervalo de 60,5 a 75% en peso de una mezcla de sales de metal trialcalino de los enantiómeros L y D de ácido diacético de metilglicina (MGDA), conteniendo predominantemente dicha mezcla el respectivo isómero L con un exceso enantiomérico (ee) en el intervalo de 10 a 97%, en la que dichas sales de metal trialcalino tienen la fórmula general (I)



en la que x está en el intervalo de cero a 2,9.

2. La solución acuosa de acuerdo con la reivindicación 1, que contiene una mezcla de sales de metal trialcalino de los enantiómeros L y D de ácido diacético de metilglicina (MGDA) en el que dicha mezcla contiene predominantemente el isómero L con un exceso enantiomérico (ee) en el intervalo de 12,5 a 75%.

3. La solución acuosa de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, que contiene en el intervalo de 0,1 a 10% en peso de una o más impurezas ópticamente inactivas, siendo seleccionada al menos una de las impurezas de ácido iminodiacético, ácido fórmico, ácido glicólico, ácido diglicólico, ácido propiónico, ácido acético y sus respectivas sales de metal alcalino o de mono- o di-amonio, refiriéndose el porcentaje al contenido total de sólidos.

4. La solución acuosa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en la que dicha solución acuosa además contiene al menos una sal inorgánica seleccionada entre hidróxidos de metal alcalino y carbonatos de metal alcalino.

5. La solución acuosa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que además comprende una sal de metal dialcalino de fórmula general (II)



en la que y está en el intervalo de cero a 2,0.

6. Un procedimiento de fabricación de una solución acuosa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que dicho procedimiento comprende las etapas de:

- (a) disolver una mezcla de L-alanina y su sal de metal alcalino en agua,
- (b) convertir dicha mezcla de L-alanina y su sal de metal alcalino con formaldehído y ácido cianhídrico o cianuro de metal alcalino en un dinitrilo,
- (c) saponificación del dinitrilo resultante de la etapa (b) en dos etapas (c1) y (c2) a diferentes temperaturas, empleando cantidades estequiométricas de hidróxido de metal alcalino o un exceso de 1,01 a 1,5 moles de hidróxido de metal alcalino por cada suma molar de los grupos COOH y los grupos nitrilo del dinitrilo de la etapa (b),

en el que dicha sal de metal alcalino de la etapa (a) y los hidróxidos de metal alcalino de la etapa (c) tienen diferentes cationes.

7. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6, en el que la etapa (c1) se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 20 a 80 °C y la etapa (c2) se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 175 a 195 °C.

8. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6 o 7, en el que la etapa (c2) tiene un tiempo de residencia promedio en el intervalo de 10 a 70 minutos.

9. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 6 a 8, en el que la etapa (c2) se lleva a cabo con un exceso de base de 1,01 a 1,2 moles de hidróxido por cada suma molar de COOH y grupos nitrilo del dinitrilo de la etapa (b).

10. El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 6 a 9, en el que la etapa (c2) se lleva a cabo a una presión más alta que la etapa (c1).

11. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6, en el que la etapa (c1) se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 20 a 80 °C y la etapa (c2) se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 50 a 150 °C con un tiempo de residencia promedio de 30 minutos a 8 horas.

12. Uso de una solución acuosa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 para la fabricación de composiciones detergentes para lavado de ropa y de composiciones detergentes para limpiadores.
- 5 13. Uso de una solución acuosa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 en forma total o parcialmente neutralizada para la fabricación de composiciones detergentes para lavado de ropa o de composiciones detergentes para limpiadores, siendo realizada dicha neutralización con un ácido orgánico o inorgánico.
- 10 14. Una mezcla de sales de metal trialcalino de los enantiómeros L y D del ácido diacético de metilglicina (MGDA), conteniendo predominantemente dicha mezcla el isómero L respectivo con un exceso enantiomérico (ee) en el intervalo de 10 a 97%, en la que dichas sales de metal trialcalino tienen la fórmula general (I)



15 en la que x está en el intervalo de cero a 2,9.